

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 特許公報 (B2)

(11)特許出願公告番号

特公平7-94634

(24) (44)公告日 平成7年(1995)10月11日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 09 D 17/00	PUJ			
// C 08 K 9/10	KCR			
C 09 D 7/12				
11/00	PTF			

発明の数1(全7頁)

(21)出願番号	特願昭62-273356
(22)出願日	昭和62年(1987)10月30日
(65)公開番号	特開平1-115976
(43)公開日	平成1年(1989)5月9日

(71)出願人	99999999 東洋インキ製造株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番13号
(72)発明者	宮武 正幸 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内
(72)発明者	天満屋 恵美 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内
(72)発明者	大橋 勉 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内
(72)発明者	川崎 三雄 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

審査官 中島 康子

(54)【発明の名称】 水性顔料分散体

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】2種以上の顔料、樹脂および該樹脂を溶解させる有機溶剤を含む油性顔料分散体の芯物質を、界面重合により形成された殻にてカプセル化し、必要に応じて水性樹脂分散体または水溶性樹脂水溶液を混合してなることを特徴とする水性顔料分散体。

【請求項2】カプセルが0.2~10μmの粒径を有する特許請求の範囲第1項記載の水性顔料分散体。

【発明の詳細な説明】

【発明の目的】

(産業上の利用分野)

本発明は、筆記用インキ、印刷インキ、塗料用等として、色分かれのない着色剤または着色剤含有組成物を提供するものである。

さらに詳しくは、2種以上の顔料を同一カプセル内に封じ

2

込めることにより、一つの顔料粒子と同じ挙動を示させ、単なる個々の顔料の組み合わせでは得られない均一な着色剤を提供するものである。

(従来の技術)

筆記用インキ、印刷インキ、塗料等の着色剤としては、有機顔料、無機顔料、体质顔料を使用し、水性樹脂分散体、樹脂水溶液等の樹脂ワニス、または界面活性剤等を使用して水、に分散していた。

顔料を単独で使用することもあるが、2種以上の顔料を併用することもよく行われている。例えば、有機顔料と無機顔料との併用、有機顔料と無機顔料と体质顔料との併用等である。特に、有機顔料、例えばフタロシアニンブルーと、無機顔料、例えばチタン白との混合等では、淡い色として、また強い堅牢性を保持していることから有用な組み合わせである。

しかし、併用される顔料のそれぞれの特性、粒子径、表面電位等の違いにより、色分かれ、または色浮きと言われる分離現象が分散状態でも、最終用途である筆記具インキ、印刷インキ、塗料等においても生じ、この対策に多大なエネルギーを費やしていた。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明は、2種以上の顔料を、同一のカプセル内に封じ込めるこことにより、一つの顔料の場合と同じような挙動を示し、色分かれ、色浮き現象の防止を図った水性顔料分散体である。

[発明の構成]

(問題を解決するための手段)

本発明は、2種以上の顔料、樹脂および該樹脂を溶解させる有機溶剤を含む油性顔料分散体の芯物質を、界面重合により形成された殻にてカプセル化し、必要に応じて水性樹脂分散体または水溶性樹脂水溶液を混合してなる水性顔料分散体である。さらには、カプセルが0.2~10μmの粒径を有する水性顔料分散体である。

本発明における芯物質としては、2種以上の顔料、樹脂および該樹脂を溶解させる有機溶剤を含む油性顔料分散体である。この油性顔料分散としては、その他に、染料、添加剤等を含有するものであってもよい。

顔料としては、従来より筆記具用インキ、印刷インキ、塗料、記録剤等に使用されていた顔料が用いられ、例えば、亜鉛黄、黄色酸化鉄、ハンザイエロー、ジスアゾイエロー、キノリンイエロー、パーマネントイエロー、パーマネントレッド、ベンガラ、リソールレッド、ウォッシュチャンレッドCa塩、ウォッシュチャンレッドMn塩、ピラゾロンレッド、レーキッドC、レーキッルドD、ブリリヤントカーミン6B、ブリリヤントカーミン3B、紺青、フタロシアニンブルー、無金属フタロシアニン、酸化チタン、カーボンブラック等である。

樹脂としては、顔料を良好に分散させる機能を有するものが好ましく、例えば、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリスチレン系、スチレンとアクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、アクリロニトリルあるいはマレイン酸エステル等とのスチレンを含む共重合体系、ポリアクリル酸エステル系、ポリメタクリル酸エステル系、ポリエステル系、ポリアミド系、ポリ酢酸ビニル系、エポキシ系、フェノール系、炭化水素系、ロジン、ロジン変性樹脂、石油系等の樹脂を例示することができ、これらを単独ないし、混合して使用することができる。

また、溶剤としては、上記樹脂を溶解しない膨潤せるものが好ましく、樹脂を溶解しないものであっても溶剤の一部として用いることができる。

溶剤としては、フタル酸エステル系、リン酸エステル系、脂肪酸エステル系、安息香酸エステル系、クエン酸エステル系、ジアリールアルカン系、アルキルフェニルエーテル系、ポリブテン、植物油、トルエン、キシリレン等の炭化水素系溶剤等を使用することができる。

なお、本発明の芯物質には、所望により、各種の添加剤を含有させることができ、例えば、各種ワックス類、シリコン化合物等を挙げることができる。

上記芯物質は、顔料、樹脂、溶剤、その他の添加剤等をボールミル、アトライター、ダイノミル、3本ロールミル等の分散機にて必要により加熱し、あるいは冷却し分散させることにより得られる。

本発明にて界面重合は、上記芯物質に疎水性の重合性化合物を溶解分散させ、分散安定剤を含有する水性媒体と混合攪拌して乳化し、乳化後、親水性の重合性化合物にて疎水性の重合性化合物との重合を行なうものである。

上記疎水性の重合性化合物としては、フェニレンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、ジメトキシビフェニルジイソシアネート、ジメチルジフェニルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ジフェニルプロパンジイソシアネート、トリメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、プロピレンジイソシアネート、ブチレンジイソシアネート、エチリジンジイソシアネート、シクロヘキシンジイソシアネート、トルイレンジイソシアネート、トリフェニルメタントライソシアネート、ポリメチレンポリフェニルイソシアネート、ジメチルジフェニルメタンテトライソシアネート、ポリイソシアネートのプレポリマー、テトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソチオシアネート、p-フェニレンジイソチオシアネート、キシレン-1,4-ジイソチオシアネート、エチリジンジイソシアネート等のウレタン系および尿素樹脂系の殻形成用化合物、エピコート等の商品名で市販されているエポキシ系殻形成用化合物、また、オキサゾリルクロライド、サクシノイルクロライド、アジポイルクロライド、セバコイルクロライド、フタロイルクロライド、イソフタロイルクロライド、スマロイルクロライド、シクロヘキサンジカルボニルクロライド、酸クロライド基を有するポリエステル、ポリアミド、ベンゼンジスルホニルクロライド、ナフタレンジスルホニルクロライド、オキシビスベンゼンジスルホニルクロライド、ヘキサンジスルホニルクロライド、エチレンビス(クロルホルメート)、テトラメチレンビス(クロルホルメート)、2,2'-ジメチル-1,3-プロパンビス(クロルホルメート)、p-プロパンビス(クロルホルメート)等のポリアミド系の殻形成用化合物が用いられ、これらは、一種ないし二種以上組合せて用いることができる。

これらの化合物は、芯物質の溶解分散液をつくる際に添加することもできるが、芯物質の溶解分散液を製造し、分散安定剤を有する水と混合攪拌する直前に芯物質の溶解分散液に添加することが好ましい。上記芯物質および重合性の化合物を混合した溶解分散液は、分散安定剤を有する水性媒体と混合攪拌を行なう。

分散安定剤としては、ポリビニルアルコール、ポリビニ

ルピロリドン, ヒドロキシエチルセルロース, カルボキシメチルセルロース, セルロースガム, シリカ微粉末, ラウリル硫酸ナトリウム, オレイン酸ナトリウム等の水溶性高分子化合物, 金属酸化物, アニオン性界面活性剤, ノニオン性界面活性剤, カチオン性界面活性剤等である。これらの分散安定剤は, 粒子の微小化および粒径の均一化の作用を与える。

混合攪拌は, 分散安定剤を有する水性媒体に芯物質の溶解分散液を加えて行なう方法あるいは, その逆に, 溶解分散液に分散安定剤を有する水性媒体を加えて行なう方法いずれも行なうことができる。

混合攪拌は, 高速攪拌機および超音波分散機等で行なうことができる。高速攪拌機としては, ホモミキサー, ホモジナイザー, コロイドミル, ホモディスパー等が使用でき, 数千回転以上の攪拌を行う。

上記混合攪拌による乳化は常温にて行なえるが, 必要により加熱, 減圧あるいは加圧等の条件を加えることもできる。

なお, 疎水性の重合化合物としてイソシアネートを用いたときは, 乳化後, 触媒の存在下にて, 加熱し, イソシアネートと水との反応を行なうことがカプセルの膜を強固とするため好ましい。

また, 上記混合攪拌による粒径の微小化をはかるために芯物質の粘度を低粘度の溶剤を用いて低下させたときに, 芯物質からの低粘度の溶剤の除去を目的として加熱させることも有効である。

以上のようにして, 水性媒体中に, 微粒化した球状の芯物質を生成する。

上記水性媒体中の芯物質が沈澱しない程度のゆるやかな攪拌を続けながら, これに, 前記疎水性の重合性化合物と重合反応する親水性の重合性化合物を添加する。

このような重合反応をする親水性の化合物としては, エチレンジアミン, テトラメチレンジアミン, ペンタメチレンジアミン, ヘキサメチレンジアミン, フェニレンジアミン, 2-ヒドロキシトリメチレンジアミン, ジエチレントリアミン, トリエチレンテトラミン, ジエチルアミノプロピルアミン, テトラエチレンペンタン等のポリアミン, ピペラジン, メチルピペラジン, ジメチルピペラジンのピペラジン類, エチレングリコール, カテコール, レゾルシノール, ハイドロキノン, ジヒドロキシメチルベンゼン, ジヒドロキシエチルベンゼン, ナフタレンジオール, ポリチオール等が用いられる。

この重合反応は, 室温においても進行するが, 加温することも差しつかえない。

なお, 疎水性の重合性化合物として多塩基酸を使用するに際しては, 炭酸ナトリウム等の酸の中和剤を少量添加することが好ましい。

重合反応が終了した後, 必要に応じて, 残留している親水性の重合性化合物, 分散安定剤等の洗浄を行なうことができる。洗浄は, 水洗, 温水洗等を3~4回のデカン

テーションあるいは, 遠心分離等によって行なうことが例示できる。

以上のようにして得られた水性顔料分散体を, 筆記具用インキ, 印刷インキ, 塗料, 記録液等の着色剤として使用することができる。つまり, この水性顔料分散体を, 樹脂ワニス等に添加することにより, 色分かれ等のないインキ, 塗料, 記録液が得られる。

さらに, 得られた水性顔料分散体に, 水性樹脂分散体, 水溶性樹脂水溶液等を混合して, インキ等に近い組成と

したり, またはインキ等とすることもできる。つまり, 上記界面重合によりカプセル化した粒子は, 乾燥時に疎水性となる樹脂微粒子が水のなかに分散した水性樹脂分散液等と混合し, カプセルの外表面に前記樹脂分散液中の樹脂を付着させ, カプセルを被覆する。

このような水性樹脂分散液としては, 乳化重合により製造された分散液がそのままあるいは, 濃縮されて用いることができる。また, ソープフリー乳化重合により得られた分散液を使用することもできる。例えば, 特開昭58-127702, 59-1503, 59-199703公報等に開示されている

20 技術により得られるものであるが, 分散している粒子が0.01~1μ程度の球状であり, 粒径のそろっているものが均一な皮膜を得るため好ましい。

例えば, 樹脂分散液中の樹脂としては, スチレン-メチルメタアクリレート共重合体, イソブチルメタクリート-メチルメタクリレート共重合体等である。

また, 性質の異なる樹脂微粒子にて, 外面の性質を多面的に変化させる目的のため, 2種以上の水性樹脂分散液等を用いることも有効である。

なお, 以下のようなビニル系单量体を使用し重合させたものも使用できる。

すなわちビニル系单量体としては, スチレン, ビニルトルエン, 2-メチルスチレン, t-ブチルスチレンなどのスチレン系单量体, メチルアクリレート, エチルアクリレート, イソプロピルアクリレート, n-ブチルアクリレート, 2-エチルヘキシルアクリレート, メチルメタクリレート, エチルメタクリレート, プロピルメタクリレート, n-ブチルメタクリレート, イソブチルメタクリレート, 2-エチルヘキシルメタクリレートなどのアクリル酸もしくはメタクリル酸アルキルエステル類, アクリル酸, メタクリル酸, クロトン酸などの一塩基酸, フマル酸, イタコン酸, マレイイン酸などの二塩基酸またはそれらの無水物などのエチレン性不飽和カルボン酸单量体, N-メチロールアクリルアミド, N-メチロールメタクリルアミド, N-ブトキシメチルアクリルアミド, N-ブトキシメチルメタクリルアミドなどのN置換(メタ)アクリル系单量体, ヒドロキシエチルアクリレート, ヒドロキシプロピルアクリレート, ヒドロキシエチルメタクリレート, ヒドロキシプロピルメタクリレートなどの水酸基含有单量体, グリシジルアクリレート, グリシジルメタクリレートなどのエポキシ基含有单量体等が挙げられ

る。

上記樹脂分散液は、界面重合にて得られたカプセル100重量部に対して固型分比で0.3~10重量部程度を用いる。0.3重量部以下であっては、カプセルの表面を十分被覆できず、また、10重量部以上においては、加えただけの効果が得られない。また、カプセル同士の凝集が生じる恐れがある。

また、界面重合にて得られたカプセルの分散液と水性樹脂分散液とを混合したのち、溶剤の添加、PH調整、加熱、あるいは冷却凝集の添加、粒子の荷電等の手段によって、カプセルのまわりに水性樹脂分散液中の樹脂を付着させる操作を用いてもよい。

以下、本発明の実施例について述べる。例中、部は重量部を示す。

#### 実施例1

##### (1) 油性顔料分散体の作成

タイピュアR-900(デュポン・ジャパン製無機顔料)10部

リオノールブルーSM(東洋インキ製造(株)製有機顔料)10部

タマノール350(荒川化学工業(株)製ロジン変性フェノール樹脂)10部

スワゾール1000(丸善石油(株)製高沸点有機溶剤)10部

上記処方の混合物を3本ロールミルにて分散し、軟い油性顔料分散体を得た。

##### (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

上記油性顔料分散体10部

スワゾール100050部

ミリオネットMR-200(日本ポリウレタン(株)製イソシアネート)10部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体希釈液を得た。

##### (3) 乳化

エマルゲン913(花王(株)製ノニオン活性剤)15部  
水300部

の水溶液を、ハイスピードミキサー(特殊機化工業(株)製卓上ハイスピードミキサー)4000rpmで攪拌しながら、油性顔料分散体希釈液70部を10分間かけて滴下し、滴下終了後、10分間攪拌を続け、乳化を行った。

##### (4) カプセル化

乳化後、回転数はそのまで10%ジェチレントリアミン水溶液40部を加え、1時間攪拌を続け、界面重合反応により、油性顔料分散体を芯物質としたマイクロカプセル水性顔料分散体を得た。

この水性顔料分散体は、pH9.7、ツブゲージ $10\mu m$ 以下、顕微鏡観察平均粒径 $1.5\mu m$ 、固形物6.5%、粘度13cpsであった。

#### 実施例2

##### (1) 油性顔料分散体の作成

タイピュアR-101(デュポン・ジャパン製無機顔料)10部  
50部

#### 部

ブリリアントカーミン6B(東洋インキ製造(株)製有機顔料)10部

エステルガムAAG(荒川化学工業(株)製ロジンエステル)10部

ポリブテン油(日本石油(株)製LV-10)10部  
キシレン5部

を実施例1と同様にして油性顔料分散体を得た。

##### (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

10油性顔料分散体10部  
キシレン50部

コロネットL(日本ポリウレタン(株)製イソシアネート)10部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体希釈液を得た。

##### (3) 乳化

デモールN(花王(株)製アニオン活性剤)20部  
水300部

の水溶液を作り、実施例1と同様に乳化を行った。

##### (4) カプセル化

20乳化後、回転数はそのまま10%ヘキサメチレンジアミン水溶液40部を加え、実施例1と同様にして油性顔料分散体を芯物質としたマイクロカプセル水性顔料分散体を得た。

この水性顔料分散体は、pH9.3、ツブゲージ $10\mu m$ 以下、粘度20cpsであった。

#### 実施例3

##### (1) 油性顔料分散体の作成

タイピュアR-10110部

リオノールエローGGトナー(東洋インキ製造(株)製有機顔料)10部

バイロン300(東洋紡(株)製ポリエスチル樹脂)10部  
トルエン20部

酢酸エチル5部

上記処方の混合物をアトライターにて分散し、軟い油性顔料分散体を得た。

##### (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

上記油性顔料分散体15部  
トルエン30部

酢酸エチル5部

40スプラック1160(日本ポリウレタン(株)製イソシアネート)10部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体希釈液を得た。

##### (3) 乳化

ヒドロキシエチルセルロースBG-15(フジケミカル(株)製)0.5部

エマルゲンA-60(花王(株)製ノニオン活性剤)5部  
水300部

の水溶液を作り、実施例1と同様にして、乳化を行った。

##### (4) カプセル化

10%トリエチレンテトラミン水溶液を使用し、実施例1と同様にして、油性顔料分散体を芯物質としたマイクロカプセル水性顔料分散体を得た。

この水性顔料分散体は、pH9.5、ツブゲージ $10\mu\text{m}$ 以下、顕微鏡観察、平均粒径 $1.3\mu\text{m}$ 、粘度12cpsであった。

#### 実施例4

##### (1) 油性顔料分散体の作成

クロムエローNE05GS（日本無機化学（株）製無機顔料）

15部

リオノールブルーSM

5部 10

ペトロジン120（三井石油化学（株）製石油樹脂）

7部

トルエン

20部

を実施例3と同様にして油性顔料分散体を得た。

##### (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

上記油性顔料分散体

10部

トルエン

50部

デスマジュールR（バイエル製イソシアネート）

10部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体希釈液を得た。

##### (3) 乳化

PVA-205（クラレ（株）製ポリビニルアルコール）

5部 20

水

300部

の水溶液を作り、実施例1と同様にして、乳化を行った。

##### (4) カプセル化

10%ピペラジン水溶液40部を使用し、実施例1と同様にして、油性顔料分散体を芯物質としたマイクロカプセル水性顔料分散体を得た。

この水性顔料分散体は、pH9.2、ツブゲージ $10\mu\text{m}$ 以下、顕微鏡観察、平均粒径 $3.7\mu\text{m}$ 、粘度16cpsであった。

#### 実施例5

##### (1) 油性顔料分散体の作成

タイピュアR-900

10部

クロムエローNE05GS

10部

リオノールブルーSM

5部

エバフレックス40（三井ポリケミカル（株）製エチレン

酢酸ビニル樹脂）

5部

ジオクチルフタレート

10部

キシレン

10部

を実施例1と同様にして油性顔料分散体を得た。

##### (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

上記油性顔料分散体

10部

キシレン

50部

デスマジュールR

10部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体希釈液を得た。

##### (3) 乳化

実施例1と同様にして、乳化を行った。

##### (4) カプセル化

15%レゾルシノール水溶液を使用し、50°C加温した以外は、実施例1と同様にして、油性顔料分散体を芯物質としたマイクロカプセル水性顔料分散体を得た。

この水性顔料分散体は、pH6.3、ツブゲージ $10\mu\text{m}$ 以下、顕微鏡観察、平均粒径 $5.6\mu\text{m}$ 、粘度35cpsであった。

#### 実施例6

##### (1) 油性顔料分散体の作成

マピコレッドR516L（チタン工業（株）製無機顔料）

2部

タイピュアR900

10部

ラーベン420（コロンビアカーボン製無機顔料

10部

パラロイドB-66（ローム&ハース製メタクリル酸樹脂）

5部

トルエン

20部

をホールミルにて分散し、油性顔料分散体を得た。

##### (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

上記油性顔料分散体

10部

トルエン

40部

メチルエチルケトン

10部

ミリオネートMT（日本ポリウレタン（株）製イソシアネート

10部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体希釈液を得た。

##### (3) 乳化

実施例1と同様にして、乳化を行った。

##### (4) カプセル化

実施例1と同様にして、油性顔料分散体を芯物質としたマイクロカプセル水性顔料分散体を得た。

この水性顔料分散体は、pH9.2、ツブゲージ $10\mu\text{m}$ 以下、顕微鏡観察、平均粒径 $1.9\mu\text{m}$ 、粘度18cpsであった。

#### 実施例7

##### (1) 油性顔料分散体の作成

タイピュアR900

10部

クロムエローNE05GS

10部

ブリリアントカーミン6B

2部

サーモライトP（精工化学（株）製感環化ゴム）

5部

トルエン

25部

をホールミルにて分散し、油性顔料分散体を得た。

##### (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

上記油性顔料分散体

10部

トルエン

50部

ミリオネートMT

10部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体希釈液を得た。

##### (3) 乳化

実施例1と同様にして、乳化を行った。

##### (4) カプセル化

実施例1と同様にして、油性顔料分散体を芯物質としたマイクロカプセル水性顔料分散体を得た。

この水性顔料分散体は、pH9.0、ツブゲージ $10\mu\text{m}$ 以下、顕微鏡観察、平均粒径 $3.0\mu\text{m}$ 、粘度23cpsであった。

#### 比較例1

##### (1) 油性顔料分散体の作成

実施例1の(1)油性顔料分散体の作成と同様に実施し、軟かい油性顔料分散体を得た。

## (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

油性顔料分散体	10部
スワゾール1000	50部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体の希釈液を得た。

## (3) 乳化

実施例1の(3)乳化と同様に実施し、低粘度の油性顔料分散体の乳化物を得た。

この乳化物はpH7.0, ツブゲージ $10\mu m$ 以下、顕微鏡観察、平均粒径 $1.7\mu m$ , 粘度21cpsであった。

比較例1はカプセル化処置を行う前で停止したものであり、カプセル化の効果を比較できるものである。

## 比較例2

## (1) 油性顔料分散体の作成

実施例2の(1)油性顔料分散体の作成と同様に実施し、軟かい油性顔料分散体を得た。

## (2) 油性顔料分散体希釈液の作成

油性顔料分散体	10部
キシレン	50部

を混合し、低粘度の油性顔料分散体希釈液を得た。

## (3) 乳化

実施例2の(3)乳化と同様に実施し、低粘度の油性顔料分散体の乳化物を得た。

この乳化物はpH7.1, ツブゲージ $10\mu m$ 以下、顕微鏡観察、平均粒径 $2.0\mu m$ , 粘度37cpsであった。

## 比較例3

タイピュアR900	10部
リオノールブルーSM	10部

ジョンクリル678, 30%アンモニア水溶液 (ジョンソン (株)スチレンアクリル樹脂)	50部
水	30部

上記処方の混合物をボールミルにて分散し、pH8.3, ツブゲージ $30\mu m$ , 平均粒径 $0.13\mu m$ , 粘度470cpsの水性顔料分散体を得た。

## 比較例4

比較例3の分散体	20部
水	80部

の混合物を作成し、粘度15cps, ツブゲージ $30\mu m$ , pH7.7, 平均粒径 $0.13\mu m$ の水性顔料分散体を得た。

この分散体は実施例1の分散体と対比する事によりカプセル化の効果を確認できるものである。

## 比較例5

タイピュアR101	10部
ブリリアントカーミン6B	10部

エマルゲンA-60	5部
デモールN	1部

水	74部
---	-----

上記処方の混合物をサンドミルにて分散し、pH7.8, ツブゲージ $10\mu m$ 以下、平均粒径 $0.15\mu m$ , 粘度37cpsの水性顔料分散体を得た。

## 10 比較例6

クロムエローNE05GS	15部
リオノールブルーSM	5部

マルキードNo32, 30%アンモニア水溶液 (荒川化学工業 (株)製ロジン変性マレイン酸樹脂)	30部
カゼイン15%アンモニア水溶液	30部

水	20部
---	-----

上記処方の混合物をアトライターにて分散し、pH8.8, ツブゲージ $10\mu m$ 以下、平均粒径 $0.20\mu m$ , 粘度830cpsの水性顔料分散体を得た。

## 20 比較例7

タイピュアR900	10部
クロムエローNE05GS	10部

リオノールブルーSM	5部
カゼイン15%アンモニア水溶液	30部

スチライトCM15アンモニア水溶液 (大同工業製スチレン マイン酸樹脂)	10部
水	39部

上記処方の混合物をボールミルにて分散し、pH8.5, ツブゲージ $30\mu m$ , 平均粒径 $0.32\mu m$ , 粘度2150cpsの水性顔料分散体を得た。

## 比較例8

マピコレッドR516L	2部
タイピュアR900	10部

ラーベン420	10部
シンクリル74J (ジョンソン(株)製アクリル樹脂)	40部

水	40部
---	-----

上記処方の混合物をサンドミルにて分散し、pH8.2, ツブゲージ $10\mu m$ , 平均粒径 $0.28\mu m$ , 粘度47cpsの水性顔料分散体を得た。

	作成直後		50°C30日間保存テスト後							
	粘度 CPS/25°C *1	粒度 ツブゲージ $\mu\text{m}$ *2	粒度 顕微鏡観察 $\mu\text{m}$ *3, *4	ツブゲージ $\mu\text{m}$ *2	顕微鏡観察 $\mu\text{m}$ *3, *4	分離沈殿*5	評価	色分かれ*5	評価	その他
実施例 1	13	10以下	1.5	10以下	1.5	認められない	○	認められない	○	
〃 2	20	〃	2.2	〃	2.3	下部40mm水分離	△	〃	○	
〃 3	12	〃	1.3	〃	1.3	認められない	○	〃	○	
〃 4	16	10	3.7	10	3.8	〃	○	〃	○	
〃 5	35	20	5.6	20	5.6	〃	○	〃	○	
〃 6	18	10以下	1.9	10以下	1.8	〃	○	〃	○	
〃 7	23	〃	3.0	〃	3.3	〃	○	〃	○	
比較例 1	21	10以下	1.7	20エマルション凝集	7.6	下部80mm水分離 底部沈殿10mm	×	上部青色10mm 色分かれ	×	表面乾燥皮膜5mm厚
〃 2	37	〃	2.0	50エマルション凝集	16.1	下部150mm水分離	×	上部赤色10mm 色分かれ	×	表面乾燥皮膜3mm厚
〃 3	470	30	0.13	30	0.14	底部40mm硬い白色沈殿		上部250mm青色浮き		
〃 4	15	30	0.13	30	0.13	底部7mm硬い白色沈殿		上部283mm青色浮き		
〃 5	37	10以下	0.15	10以下	0.15	底部30mm硬い白色沈殿		上部260mm赤色浮き		
〃 6	830	10	0.20	10	0.25	底部60mm軟い黄色沈殿		上部230mm青色浮き		
〃 7	2150	30	0.32	30	0.37	沈殿なし		上部20mm青色浮き		
〃 8	47	10	0.28	10	0.26	底部20mm硬い灰褐色沈殿		上部270mm黒色浮き		

\*1. BL型粘度計（東京計器製）による測定

\*2. ツブゲージによる粗粒子の観察

JIS K-5400に準ずる方法にて分散体の粗粒子を観察した。

\*3. ガラス板に分散体を滴下、カバーガラスにて押さえ。光学顕微鏡500倍にて、1視野当たり20粒子、5視野の粒子径を調べて平均粒子径を求めた。

\*4. 遠心沈降式粒度分布測定機（島津製作所製）にて分散体の顔料粒子平均粒径を求めた。

\*5. 300mm高さの栓付き試験官に290mm高さまで試料を入れ、試験管立てにて50°C恒温状態に保存した。  
30日経過後分散体の分離、沈殿及び色分かれを観察した。観察後強振により分散状態までもどし粒度の測定をした。